Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пропилентиомочевины в воде, почве, винограде и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3267—15

Издание официальное

Москва • 2016

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пропилентиомочевины в воде, почве, винограде и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3267—15

ББК 51.23
О62

О62 **Определение** остаточных количеств пропилентиомочевины в воде, почве, винограде и виноградном соке мстодом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1431—2

1. Разработаны сотрудниками ФГБНУ Всероссийский НИИ защиты растений и ООО «Инновационный центр защиты растений» (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, А. С. Комарова, Т. Д. Черменская, В. В. Человечкова, А. А. Далинова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 22 мая 2015 г. № 1).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 9 июня 2015 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978—5—7508—1431—2

© Роспотребнадзор, 2016
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
9 июня 2015 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пропилентиомочевины в воде, почве, винограде и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3267—15

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.191/01.00043/2015 от 12.02.2015.

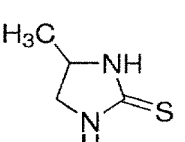
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения остаточных количеств пропилентиомочевины в диапазоне: в воде 0,001—0,01 мг/дм^3, в почве 0,01—0,1 мг/кг, в винограде и виноградном соке 0,01—0,1 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Пропилентиомочевина

4-Метил-2-имидазолидинтион (ИЮПАК)

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_4H_8N_2S$.

Молекулярная масса: 116,2.

Пропилентиомочевина является основным метаболитом при деградации пропинеба.

Белое кристаллическое вещество без запаха.

Растворима в ацетонитриле и метаноле.

$K_{ow}logP = -0,26$ (20 °С); константа Генри $8 \cdot 10^{-8}$ Па·м^3/моль (20 °С).

Период полураспада в почве: DT_{50} (20 °С, аэробные условия) – 2,1 дня.

Гигиенические нормативы для пропилентиомочевины в России не установлены.

1. Погрешность измерений

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает значений, приведенных в табл. 1, для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/м^3, мг/дм^3)	Показатель точности* (границы относительной погрешности ($P = 0,95$), ± δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), R, % ($P = 0,95$)
Вода	0,001—0,01	22	6	10	17	28
Почва	0,01—0,1	23	7	11	20	31
Ягоды винограда	0,01—0,1	23	7	11	20	31
Сок винограда	0,01—0,1	23	7	11	20	31
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$ при коэффициенте охвата $\kappa = 2$						

Таблица 2

Полнота извлечения пропилентиомочевины, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	предел количественного определения, мг/кг (мг/м^3, мг/дм^3)	диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/м^3, мг/дм^3)	полнота извлечения вещества, %	стандартное отклонение, %	доверительный интервал среднего результата, ±, %
Вода	0,001	0,001—0,01	92,3	3,32	4,65
Почва	0,01	0,01—0,1	87,5	3,84	5,39
Виноград	0,01	0,01—0,1	87,5	4,65	6,52
Виноградный сок	0,01	0,01—0,1	83,4	5,01	7,03

2. Метод измерений

Метод основан на определении пропилентиомочевины методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием УФ-детектора после ее экстракции из образцов ацетонитрилом или водным метанолом и очистки на патронах для твердофазной экстракции.

Идентификация пропилентиомочевины проводится по времени удерживания, количественное определение – методом абсолютной калибровки.

Избирательность метода обеспечивается сочетанием условий подготовки проб и хроматографирования.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф с быстросканирующим ультрафиолетовым детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Весы аналитические с пределом взвешивания до 210 г и пределом допускаемой погрешности 0,1 мг	ГОСТ Р 53228—08
Весы технические с пределом взвешивания до 150 г и пределом допускаемой погрешности 0,1 г	ГОСТ Р 53228—08
Колбы мерные на 10, 100 см^3	ГОСТ 23932—90

Микродозаторы одноканальные переменного объема от 100 до 1 000 мм^3 и от 1 до 5 см^3	
Цилиндры мерные на 50 и 100 см^3	ГОСТ 23932—90

Примечание. Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Ацетонитрил для ВЭЖХ	ТУ 2634-002-04715285-2012.
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501-2005.
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552-80.
Метанол, хч	ГОСТ 6995-77.
Пропилентиомочевина с содержанием основного вещества 99,3 %	
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 1 : 99	
Смесь № 1: метанол–вода в соотношении 1 : 1 по объему	
Смесь №2: метанол – вода в соотношении 1 : 9 по объему	

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующих дополнительной очистки растворителей.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, полностью закрытыми и связанными этилен-гибридными мостиками, (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм	
Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции	
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 25 см^3	ГОСТ 9737—93
Колбы плоскодонные на шлифе вместимостью 100 см^3	ГОСТ 9737—93
Патроны для твердофазной экстракции, заполненные гидрофобным сорбентом с привитыми гексадецильными группами, по 0,4 г	ТУ 4215-002-0545-931—94

Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 см^3	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, с пределом вакуума до 10 мбар	
Центрифуга с максимальной рабочей частотой вращения 4000 об./мин	
Ультразвуковая ванна с рабочей частотой 35 кГц	
Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в мин)	ТУ4389-007-44330709—11

Примечание. Допускается применение оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007—76, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостный хроматограф.

4.2. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией, соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и ГН 2.2.5.2308—07.

Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—90.

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

6. Условия измерений

При выполнении измерений выполняют следующие условия:

– процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %;

– выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

7.1. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Кондиционирование патрона

Патрон промывают 3 $см^3$ метанола, затем 3 $см^3$ воды.

7.3. Приготовление растворов

7.3.1. 0,005 М раствор ортофосфорной кислоты: (0,5 ± 0,01) г 98 %-й ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.3.2. Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 1 : 99 по объёму, используя мерные цилиндры.

7.4. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.4.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/$см^3$: точную навеску пропилентиомочевины (50 ± 0,5) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

7.4.2. Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы с концентрациями пропилентиомочевины 0,02, 0,05, 0,1, 0,5 и 2,0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 43 : 57).

7.4.2.1. Раствор № 1 с концентрацией 2,0 мкг/$см^3$: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,4 $см^3$ основного раствора и доводят до метки подвижной фазой.

7.4.2.2. Раствор № 2 с концентрацией 0,5 мкг/$см^3$: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 5,0 $см^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.3. Раствор № 3 с концентрацией 0,1 мкг/$см^3$: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 1 $см^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.4. Раствор № 4 с концентрацией 0,05 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,5 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.5. Раствор № 5 с концентрацией 0,02 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,2 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 7 дней, градуировочные растворы использовать в день приготовления.

При изучении полноты определения пропилентиомочевины используют ацетонитрильные растворы вещества, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

7.5. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация пропилентиомочевины в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации пропилентиомочевины в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (K) в уравнении линейной регрессии:

$$C = KS, \text{ где}$$

S – площадь пика градуировочного раствора.

Градуировку признают удовлетворительной, если значение коэффициента линейной корреляции оказывается не ниже 0,99.

Градуировочную характеристику необходимо проверять при замене реактивов, хроматографической колонки или элементов хроматографической системы, а также при отрицательном результате контроля градуировочного коэффициента.

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

$$\frac{|C - C_K|}{C} \cdot 100 \le \lambda_{контр.}, \text{ где}$$

C – аттестованное значение массовой концентрации пропилентиомочевины в градуировочном растворе,

$C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации пропилентиомочевины в градуировочном растворе,

$\lambda_{контр.}$ – норматив контроля градуировочного коэффициента, %. ($\lambda_{контр.}$ = 10 % при P = 0,95).

7.6. Проверка хроматографического поведения пропилентиомочевины на патроне

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 1 см^3 стандартного раствора пропилентиомочевины с концентрацией 1 мкг/см^3. Растворитель удаляют в вакууме. Остаток растворяют в 1 см^3 воды и переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Промывают патрон 1 см^3 воды, элюат отбрасывают. Затем элюируют пропилентиомочевину смесью № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 2 см^3, упаривают досуха, растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и анализируют по п. 9.5.

Фракции, содержащие пропилентиомочевину, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с патрона и необходимый для очистки объем элюата.

Примечание. Проверку хроматографического поведения пропилентиомочевины следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии патронов и растворителей.

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051-79 от 21.08.79), а также в соответствии с ГОСТ 31861—12 «Вода. Общие требования к отбору проб»; ГОСТ 28168—89 «Почвы. Отбор проб». Отбор проб винограда производят в соответствии с ГОСТ 32786—14 «Виноград свежий столовый. Технические условия». Пробы ягод винограда хранят до анализа в герметично закрытом двойном полиэтиленовом пакете в морозильной камере при температуре не выше –18 °С в течение 6 месяцев. Пробы виноградного сока хранят до анализа в морозильной камере при температуре не выше –18 °С в течение месяца, в холодильнике при температуре 0—4 °С в стеклянной таре с притертой пробкой в течение недели.

Для длительного хранения пробы почвы подсушиваются при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение года. Перед анализом сухую

почву доводят до стандартной влажности, просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

9. Проведение определения

9.1. Определение пропилентиомочевины в воде

50 $см^3$ воды упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ подвижной фазы и 10 $мм^3$ вводят в хроматограф.

9.2. Определение пропилентиомочевины в почве

Навеску почвы (10 г) помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ смеси № 1, пробирку плотно закрывают и помещают в перемешивающее устройство на 10 мин, затем центрифугируют. От верхнего слоя отбирают аликвоту 4 $см^3$ (соответствующую 2 г почвы), переносят в круглодонную колбу и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ подвижной фазы и 10 $мм^3$ вводят в хроматограф.

9.3. Определение пропилентиомочевины в винограде

Навеску винограда 50 г помещают в плоскодонную колбу, добавляют 50 $см^3$ ацетонитрила и экстрагируют в ультразвуковой ванне 10 мин. Растворитель декантируют и экстракцию повторяют еще 50 $см^3$ ацетонитрила. Объединенный ацетонитрильный экстракт переносят в мерный цилиндр и по объему отбирают аликвоту, соответствующую 5 г винограда. Аликвоту упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ подвижной фазы и 10 $мм^3$ вводят в хроматограф.

9.4. Определение пропилентиомочевины в виноградном соке

Из представительной пробы виноградного сока отбирают 5 г и переносят на предварительно подготовленный по п. 7.2 патрон. Патрон промывают 2 $см^3$ воды, элюат отбрасывают. Пропилентиомочевину элюируют 5 $см^3$ смеси № 2. Элюат собирают и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ подвижной фазы и 10 $мм^3$ вводят в хроматограф.

Примечание. Ввиду неустойчивости аналита к гидролизу хранение приготовленных проб не допускается.

9.5. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостный хроматограф с УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, полностью закрытыми и связанными этилен-гибридными мостиками, (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм. Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: ацетонитрил и 0,005 М ортофосфорная кислота в соотношении 1 : 99. Скорость потока элюента: 0,2 $см^3$/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 233 нм. Объем вводимой пробы 10 $мм^3$. Время удерживания пропилентиомочевины (3,6 ± 0,1) мин.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание пропилентиомочевины в пробе (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_x \cdot K \cdot V \cdot n \cdot 100}{P \cdot f}, \text{ где}$$

S_x – площадь пика пропилентиомочевины на хроматограмме испытуемого образца, (AU);

K – градуировочный коэффициент, найденный на стадии построения соответствующей градуировочной зависимости;

V – объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, $см^3$;

P – навеска анализируемого образца, г;

f – полнота извлечения пропилентиомочевины, приведенная в табл. 2, %;

n – коэффициент, учитывающий отбор аликвоты экстракта.

Содержание остаточных количеств пропилентиомочевины в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор пропилентиомочевины с концентрацией 1.0 мкг/$см^3$, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (1):

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r \text{, где}$$

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг;

r – значение предела повторяемости ($r = 2{,}8\sigma_r$).

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

$(\bar{X} \pm \Delta)$ мг/кг при вероятности $P = 0{,}95$, где

$\bar{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций), %.

В случае если содержание компонента меньше нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

«содержание вещества в пробе «менее нижней границы определения» (например: менее 0,01 мг/кг*, где * – 0,01 мг/кг – предел обнаружения пропилентиомочевины в винограде).

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—02 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

13.1. Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится с применением метода добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

$$C_д = \Delta_{л,X} + \Delta_{л,X'} \text{, где}$$

$\pm\Delta_{л,X}$ ($\pm\Delta_{л,X'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой, соответственно), мг/кг; при этом:

$$\Delta_{л} = \pm 0{,}84\ \Delta, \text{ где}$$

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}, \text{ где}$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций), %.

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д, \text{ где}$$

$\bar{X}'$, $\bar{X}$, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'} + \Delta^2_{л,X}} \qquad (1)$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($K_к$) с нормативом контроля (K).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \qquad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры к их устранению.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R):

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq R \text{, где} \qquad (3)$$

X_1, X_2 – результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/кг;

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций), %.

Определение остаточных количеств пропилентиомочевины в воде, почве, винограде и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

МУК 4.1.3267—15

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина

Редактор Н. В. Кожока
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 25.01.16

Формат 60x84/16 Печ. л. 1,0
Тираж 125 экз. Заказ 4

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделением издательского обеспечения отдела научно-методического обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а

Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 952-50-89